

DOCKET NO.: 265601US6PCT

10/524356
BT01 Rec'd PCT/PTC 14 FEB 2005

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Bernd HEIDA

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/14074

INTERNATIONAL FILING DATE: December 11, 2003

FOR: EXTRACTIVE DISTILLATION

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Germany	102 58 160.6	12 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/14074. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Gregory J. Maier
Attorney of Record
Registration No. 25,599
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

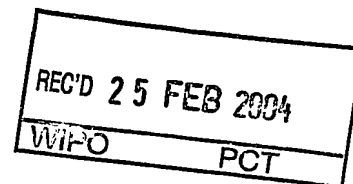
22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

BUNDE REPUBLIK DEUTSCHLAND

20 524356

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 58 160.6

Anmeldetag: 12. Dezember 2002

Anmelder/Inhaber: BASF AG, Ludwigshafen/DE

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zur Extraktivdestillation

IPC: B 01 D 3/40

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 17. November 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Stark

BASF Aktiengesellschaft

12. Dezember 2002
B02/0946 IB/HKE/bl

Verfahren und Vorrichtung zur Extraktivdestillation

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation in einer Trennwandkolonne, eine hierfür geeignete Trennwandkolonne sowie eine Verwendung.

Die Extraktivdestillation ist ein bekanntes Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen aus Komponenten, die sich nur geringfügig in ihren relativen Flüchtigkeiten unterscheiden oder die azeotrop siedend sind. Die Extraktivdestillation wird unter Zugabe eines selektiven Lösungsmittels, auch als Extraktionsmittel bezeichnet, durchgeführt, das gegenüber dem aufzutrennenden Gemisch wesentlich höher siedet und das durch seine selektive Affinität zu einzelnen Komponenten des aufzutrennenden Gemisches die Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten derselben erhöht. Ein wesentliches Kriterium für die Auswahl des geeigneten selektiven Lösungsmittels ist es, denjenigen Aufnehmer herauszufinden, der die Trennung mit einem Minimum an zirkulierender Aufnehmerphase ermöglicht, der sich also durch eine ausreichend hohe Aufnahmekapazität kennzeichnet.

Es ist bekannt, für komplexere Trennaufgaben, in der Regel für Gemische von mindestens drei Komponenten, wobei die einzelnen Komponenten jeweils in reiner Form erhalten werden sollen, Trennwandkolonnen einzusetzen. Sie weisen eine Trennwand auf, das heißt ein in der Regel in Kolonnenlängsrichtung ausgerichtetes ebenes Blech, das eine Quervermischung der Flüssigkeits- und Brüdenströmen in Teilbereichen der Kolonne unterbindet. Trennwandkolonnen sind gegenüber klassischen Destillationskolonnen wirtschaftlich vorteilhaft, da sie Trennaufgaben, für die normalerweise zwei Kolonnen notwendig sind, in einem einzigen Apparat bewältigen, wobei die Investitions- und Energiekosten deutlich niedriger liegen.

Es ist bekannt, Extraktivdestillationen in Trennwandkolonnen durchzuführen.

Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in DE-C 199 58 464 beschrieben. Durch eine besondere konstruktive Ausgestaltung der Trennwandkolonne, und zwar indem der Entnahmebereich am oberen Ende der Trennwand geschlossen wird, kann die Temperatur in diesem Kolonnenbereich durch Steuerung des darin herrschenden Drucks geregelt werden.

5 Da der Druck im oberseitig geschlossenen Entnahmebereich gegenüber dem Betriebsdruck in der Kolonne verändert werden kann, können die Druckdifferenzen zur Steuerung der in die durch die Trennwand aufgeteilten Teilbereiche der Kolonne eintretenden Dampfströme genutzt werden.

10 Es war demgegenüber Aufgabe der Erfindung, ein wirtschaftlicheres, insbesondere bezüglich des Energie- und Lösungsmittelverbrauches günstigeres Verfahren sowie eine hierfür geeignete Trennwandkolonne zur Verfügung zu stellen.

15 Die Verfahrensaufgabe wird durch ein Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel in einer Trennwandkolonne gelöst, das dadurch gekennzeichnet ist,

- dass man das Verfahren in einer Trennwandkolonne mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand durchführt, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich, einen zweiten Teilbereich und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich aufteilt,
- 20 - dass man das Ausgangsgemisch dem ersten Teilbereich zuführt, aus dem ersten Teilbereich einen ersten Kopfstrom und aus dem zweiten Teilbereich einen zweiten Kopfstrom, mit jeweils vorgegebener Spezifikation, abzieht,
- 25 - dass man das selektive Lösungsmittel im oberen Bereich des ersten Teilbereichs und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs aufgibt und
- dass man die Menge des auf den ersten Teilbereich aufgegebenen Lösungsmittelstromes und/oder die Menge des auf den zweiten Teilbereich aufgegebenen Lösungsmittelstromes dergestalt einstellt, dass die jeweils vorgegebenen Spezifikationen für die Kopfströme eingehalten werden.
- 30

Es wurde überraschend gefunden, dass durch eine einfache konstruktive Ausgestaltung der Trennwandkolonne, und zwar in dem die Trennwand bis zum oberen Ende in der Trennwandkolonne durchgezogen wird, in den beiden, durch die Trennwand getrennten Bereiche des Kolonneninnenraums unabhängig voneinander die für die jeweilige Trennaufgabe in der Extraktionsdestillation optimalen thermodynamischen Bedingungen eingestellt werden können. Insbesondere ist es möglich, die jeweils optimale Lösungsmittelmenge getrennt

35

auf jeden Teilbereich aufzugeben, so dass die Aufnahmekapazität des Lösungsmittels in beiden Teilbereichen maximal genutzt wird und der Gesamtbedarf an Lösungsmittel minimiert wird. Gleichzeitig wird der Energieverbrauch gegenüber der "klassischen" Trennwandkolonne deutlich reduziert.

5

Als Ausgangsgemische werden in der Regel Gemische von Kohlenwasserstoffen oder von anderen organischen Komponenten in Frage kommen, die sich aufgrund der geringen Unterschiede in den Flüchtigkeiten mindestens zweier Komponenten oder aufgrund der Ausbildung von Azeotropen nur durch Zugabe eines selektiven Lösungsmittels, das die relativen Flüchtigkeiten verändert, auftrennen lassen.

10

Das Ausgangsgemisch wird dem ersten Teilbereich der Trennwandkolonne, häufig etwa im mittleren Drittel desselben, aufgegeben. Je nach konkreter Zusammensetzung des aufzutrennenden Ausgangsgemisches kann es möglich sein, dass die Komponente oder das Komponentengemisch mit der größten Flüchtigkeit von den übrigen Komponenten des Ausgangsgemisches destillativ einfach abgetrennt werden kann. In diesem Fall ist keine Zugabe von selektivem Lösungsmittel im oberen Bereich des ersten Teilbereichs erforderlich, um einen Kopfstrom aus einer einzigen, reinen Komponenten, mit der höchsten Flüchtigkeit oder eines Bündels von Komponenten mit der höchsten Flüchtigkeit abzutrennen.

15

20

In der Regel ist jedoch die Abtrennung einer reinen Komponente oder eines Bündels an Komponenten mit der höchsten Flüchtigkeit im ersten Teilbereich der Trennwandkolonne nur unter Zugabe eines selektiven Lösungsmittels im oberen Bereich des ersten Teilbereichs und somit durch Gegenstromführung mit dem aufzutrennenden Ausgangsgemisch möglich. In diesem Fall wird das selektive Lösungsmittel bei geeigneten thermodynamischen Bedingungen, in der Regel bei möglichst niedrigen Temperaturen aufgegeben, und belädt sich mit den Komponenten aus dem Ausgangsgemisch, zu denen es eine höhere Affinität hat, wogegen die Komponente oder die Komponenten, zu denen es eine niedrigere Affinität hat, das heißt die im selektiven Lösungsmittel schlecht löslichen Komponenten, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden.

25

30

Das mit den Komponenten aus dem Ausgangsgemisch beladene Lösungsmittel, zu dem dieses eine größere Affinität hat als zu der oder den Komponenten, die als Kopfstrom aus dem ersten Teilbereich abgetrennt wurden, strömt am unteren Ende der Trennwand dampfförmig in den zweiten Teilbereich der Trennwandkolonne ein.

35

Im zweiten Teilbereich der Trennwandkolonne kann, je nach konkreter Zusammensetzung des aufzutrennenden Ausgangsgemisches, eine einfache destillative Auftrennung der im selektiven Lösungsmittel besser löslichen Komponenten möglich sein, es kann jedoch auch sein, dass die Auftrennung desselben nur unter Zugabe von selektivem Lösungsmittel im Gegenstrom auf den oberen Bereich des zweiten Teilbereichs, das heißt durch Extraktivdestillation, möglich ist.

Der aus dem zweiten Teilbereich abgezogene Kopfstrom kann wiederum, wie im Falle des aus dem ersten Teilbereich abgezogenen Kopfstroms, eine einzige, reine Komponente oder ein Bündel von Komponenten, mit einem bestimmten Siedebereich umfassen.

Die Kopfströme aus dem ersten wie auch aus dem zweiten Teilbereich werden, wie üblich, in Kondensatoren am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im übrigen abgezogen.

Für die Kopfströme werden in der Regel bestimmte Reinheitsanforderungen, das heißt Spezifikationen, vorgegeben.

Da sich das jeweils aufzutrennende Gemisch in den beiden Teilbereichen der Trennwandkolonne hinsichtlich Menge und Zusammensetzung stets voneinander unterscheidet, wird, sofern die Auftrennung durch Extraktivdestillation erfolgt, stets in jedem Teilbereich eine jeweils bestimmte optimale Menge an selektivem Lösungsmittel erforderlich sein, um die vorgegebenen Spezifikationen in den Kopfströmen zu erreichen.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Extraktivdestillation in einer Kolonne mit einer bis zum oberen Ende durchgezogenen Trennwand ist es in einfacher Weise möglich, in einem oder in beiden Teilbereichen, unabhängig voneinander, die für die jeweilige Trennaufgabe optimale Menge an selektivem Lösungsmittel aufzugeben.

Aus dem Kolonnensumpf wird in einer Verfahrensvariante Lösungsmittel abgezogen, das noch mit einer oder mehreren Komponenten beladen ist, die im selektiven Lösungsmittel am besten löslich sind. Das beladene Lösungsmittel wird anschließend in einer Ausgaskolonne unter geeigneten thermodynamischen Bedingungen von den darin gelösten Komponenten befreit und das gereinigte Lösungsmittel in der Regel in die Extraktivdestillationskolonne rezykliert.

In einer bevorzugten Verfahrensvariante wird aus dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich ein dampfförmiger Strom abgezogen, teilweise oder vollständig kondensiert und vollständig oder teilweise abgezogen und im übrigen wieder als Rücklauf in die Extraktivdestillationskolonne zurückgeführt. Im Kolonnenteil unterhalb dieser Entnahmestelle werden die gelösten Komponenten vollständig aus dem Lösungsmittel ausgegast.

Es ist darüber hinaus möglich, je nach durchzuführender Trennaufgabe aus jedem geeigneten Kolonnenbereich, insbesondere aus dem ersten Teilbereich und/oder dem zweiten Teilbereich und/oder dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich einen oder mehrere zusätzliche Seitenströme abzuziehen.

In einer energetisch besonders günstigen Verfahrensvariante wird von ein oder mehreren thermodynamisch geeigneten Stufen der Extraktivdestillationskolonne jeweils ein Flüssigkeitsstrom abgezogen, durch Wärmeintegration mit dem heißen, entgasten Lösungsmittel teilweise oder vollständig verdampft und derselben Trennstufe oder oberhalb der Trennstufe, von der der Flüssigkeitsstrom abgezogen wurde, in die Extraktivdestillationskolonne zurückgeführt. Dadurch kann der Gesamtenergieverbrauch wesentlich gesenkt werden, typischerweise um etwa 40 bis 60 %.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine Trennwandkolonne zur Durchführung einer Extraktivdestillation, die die konstruktive Besonderheit aufweist, dass ihre Trennwand bis zum obersten Punkt der Kolonne durchgezogen ist und die somit eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen lediglich im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich gestattet. Der sogenannte erste und zweite Teilbereich sind durch die Trennwand voneinander getrennt.

Je nach Zusammensetzung des der Extraktivdestillationskolonne zugeführten Ausgangsgemisches sowie der vorgegebenen Spezifikationen für die in der Extraktivdestillationskolonne abzutrennenden Fraktionen kann die Länge der Trennwand sowie ihre Positionierung in Bezug auf die Kolonnenachse unterschiedlich ausgestaltet sein. So ist es beispielsweise möglich, die Trennwand mittig oder außermittig anzuordnen. Eine außermittige Anordnung wird häufig vorteilhaft sein, da die Flüssigkeits- und Dampfbelastung in den beiden Teilbereichen in der Regel unterschiedlich ist.

In einer bevorzugten Ausgestaltung sind im ersten und/oder im zweiten Teilbereich der Extraktivdestillationskolonne, jeweils oberhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmittels Rückwaschböden für mit dem Dampfstrom mitgerissenes selektives Lösungsmittel

vorgesehen, häufig drei bis fünf Böden. Obwohl es bezüglich der einsetzbaren Typen grundsätzlich keine Einschränkungen gibt, sind Böden für kleine Flüssigkeitsbelastungen, insbesondere Ventil-, Glocken- oder Thormannböden besonders geeignet.

- 5 Durch den Einsatz von Rückwaschböden können bezüglich des Restgehalts an Lösungsmittel besonders reine Kopffractionen erhalten werden.

Das wichtigste Anwendungsgebiet für das erfindungsgemäße Verfahren und der erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne ist die Petrochemie, insbesondere die Auftrennung von C₄-Schnitten, C₅-Schnitten, die Auftrennung von Aromatengemischen, insbesondere von Benzol-Toluol-Xylol-Gemischen oder der Xylol-Isomere.

Die Erfindung wird im Folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels sowie einer Zeichnung näher erläutert.

15

Es zeigen im Einzelnen:

Figur 1 die schematische Darstellung einer ersten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne,

20

Figur 2 eine weitere bevorzugte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne,

Figur 3 eine andere bevorzugte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne,

Figur 4 eine bevorzugte Ausführungsform mit Rückwaschböden,

Figur 5 eine weitere Ausführungsform mit integrierter Lösungsmittelausgasung,

30

Figur 6 eine Ausführungsform mit Rückwaschböden und integrierter Lösungsmittelausgasung und

Figur 7 eine Ausführungsform mit Wärmeintegration.

35

In den Figuren bezeichnen gleiche Bezugszeichen jeweils gleiche oder entsprechende Merkmale.

Die in Fig. 1 dargestellte Extraktivdestillationskolonne ist als Trennwandkolonne TKW ausgebildet, mit in Kolonnenlängsrichtung, bis zum oberen Kolonnenende durchgezogener Trennwand TW. Die Trennwand TW teilt den Kolonneninnenraum in einen ersten Teilbereich 1, einen zweiten Teilbereich 2 sowie einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich 3. Dem ersten Kolonnenbereich 1 wird das aufzutrennende Ausgangsgemisch A, etwa in der Mitte desselben aufgegeben. Ein erster Strom des selektiven Lösungsmittels wird als Strom S1 im oberen Bereich des ersten Teilbereichs 1 und ein zweiter Strom des selektiven Lösungsmittels als Strom S2 dem oberen Bereich des Teilbereichs 2 aufgegeben. Aus dem Teilbereich 1 wird ein erster Kopfstrom B abgezogen, in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im übrigen abgezogen. Analog wird aus dem zweiten Teilbereich 2 ein zweiter Kopfstrom C abgezogen, in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf den zweiten Teilbereich aufgegeben und im übrigen abgezogen.

Aus dem Kolonnensumpf wird beladenes selektives Lösungsmittel, Strom SL, abgezogen.

Die in Fig. 2 dargestellte Ausführungsform unterscheidet sich von der Ausführungsform in Fig. 1 dadurch, dass ein einziger Strom von selektivem Lösungsmittel, Strom S1, auf den Teilbereich 1 aufgegeben wird. Die destillative Auftrennung im Teilbereich 2 erfolgt ohne Zugabe von selektivem Lösungsmittel.

Auch in der Ausführungsform in Fig. 3 wird lediglich ein einziger Strom an selektivem Lösungsmittel aufgegeben, abweichend von der Ausführungsform in Fig. 2, jedoch Strom S2 im oberen Bereich des Teilbereichs 2.

Die Ausführungsform in Fig. 4 enthält zusätzlich zu der in Fig. 1 dargestellten Grundform Rückwaschböden R, die jeweils oberhalb der Zuführung der Lösungsmittelströme S1 und S2 in den Teilbereichen 1 und 2 angeordnet sind.

In der in Fig. 5 dargestellten Ausführungsform wird aus dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich 3 ein dampfförmiger Seitenstrom abgezogen, in einem Kondensator teilweise oder vollständig kondensiert, teilweise als Strom D abgezogen und im übrigen wieder als Rücklauf in die Kolonne zurückgeführt. Unterhalb des Seitenabzugs für Strom D wird das beladene Lösungsmittel durch Wärmezuführung über den Sumpfverdampfer V vollständig ausgegast und als gereinigtes Lösungsmittel, Strom SR, abgezogen. Das gereinigte Lö-

sungsmittel wird bevorzugt, nach Abkühlung in einem Kondensator, in die Extraktivdestillation rezykliert.

Die in Fig. 6 dargestellte Ausführungsform unterscheidet sich von der Darstellung in Fig. 5 durch die Anordnung von Rückwaschböden R in den Teilbereich 1 und 2, jeweils oberhalb der Zuführung der Lösungsmittelströme S1 und S2.

Fig. 7 zeigt eine energetisch besonders günstige Verfahrensvariante, mit Wärmeintegration, wobei heißes, gereinigtes Lösungsmittel, Strom SR, in Wärmetauschern W aus der Extraktivdestillationskolonne abgezogene Flüssigkeit erwärmen.

Beispiel:

Auftrennung eines C₄-Schnittes durch Extraktivdestillation

Die Trennaufgabe bestand darin, einen C₄-Schnitt mit der nachfolgenden Zusammensetzung in Gew.-%:

Propadien	0,03
Propen	0,02
Propin	0,06
n-Butan	5,74
i-Butan	2,44
n-Buten	13,88
i-Buten	25,63
trans-Buten-2	4,44
cis-Buten-2	2,95
1,3-Butadien	43,81
1,2-Butadien	0,14
Butin-1	0,13
Vinylacetylen	0,73

in eine Butane-Fraktion mit 90 Gew.-% Butanen und eine Butene-Fraktion mit 98 Gew.-% Butenen, jeweils als Kopfströme sowie einen Sumpfstrom, der neben dem selektiven Lösungsmittel 99 % des 1,3-Butadiens sowie die besser als 1,3-Butadien löslichen Komponenten enthält, aufzutrennen.

Als selektives Lösungsmittel wurde N-Methylpyrrolidon als wässrige Lösung mit 8,3 Gew.-% Wasser eingesetzt.

Es wurde jeweils ein Feedstrom von 31.250 kg/h eines C₄-Schnitts mit der oben angegebenen Zusammensetzung einer Trennwandkolonne mit 65 theoretischen Trennstufen zugeführt, wobei im Vergleichsbeispiel eine Trennwandkolonne mit üblicher, das heißt nicht bis oben durchgezogener Trennwand und im Beispiel nach der Erfindung eine bis zum oberen Kolonnenende durchgezogene Trennwand eingesetzt wurde. Die Trennstufen wurden jeweils von unten nach oben gezählt. Im Vergleichsbeispiel wurde die Trennwand thermodynamisch optimiert und war zwischen der 37. und 58. theoretischen Trennstufe bei 4 bar, bzw. zwischen der 38. und 60. theoretischen Trennstufe bei 5 bar, angeordnet.

Die maßgeblichen Verfahrensparameter sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt:

	Vergleich	Erfindung	Vergleich	Erfindung
Kopfdruck [bar]	4	4	5	5
Erforderliche Verdampferleistung [kW]	29851	21174	24570	20576
Erforderliche Gesamtmenge an Lösungsmittel [kg/h]	542860	373110	474830	366275
Aufteilungsverhältnis des Lösungsmittels	* 1,32	** 2,71	* 1,0	** 2,80

* am oberen Ende der Trennwand

** auf die Lösungsmittelströme S1/S2 in Fig. 1

Die Ergebnisse in der Tabelle zeigen, dass die erforderliche Verdampferleistung bei 4 bar Kolonnendruck für das erfindungsgemäße Verfahren um 30 % unterhalb des Verfahrens in einer klassischen Trennwandkolonne und bei einem Kolonnendruck von 5 bar um 16 % niedriger ist.

Darüber hinaus ist die erforderliche Gesamtmenge an Lösungsmittel für dieselbe Trennaufgabe bei einem Kolonnendruck von 4 bar nach dem erfindungsgemäßen Verfahren um 31 % geringer als in einer klassischen Trennwandkolonne und bei einem Kolonnendruck von 5 bar um 23 %. Entsprechend niedriger sind die Betriebskosten, insbesondere Energiekosten sowie die Investitionskosten aufgrund des geringeren erforderlichen Kolonnenquerschnittes.

Darüber hinaus hat die klassische Trennwandkolonne gegenüber der erfindungsgemäßen Kolonne mit durchgezogener Trennwand den zusätzlichen Nachteil, dass sie weniger flexibel gegenüber Veränderungen des Arbeitsdruckes ist: um die gegebene Trennaufgabe mit der oben aufgeführten Verdampferleistung auszuführen war bei einem Druckanstieg von lediglich 1 bar und zwar von 4 auf 5 bar, eine konstruktive Veränderung der klassischen Trennwandkolonne erforderlich, insofern als die Trennwand vertikal um eine Trennstufe verlegt (von der 37. auf die 38. Trennstufe) und um eine Trennstufe in ihrer Länge verändert, die Zuführung des Ausgangsgemisches um fünf Trennstufen nach unten verlegt (von der 12. Trennstufe des Trennwandbereiches auf die 7. Trennstufe des Trennwandbereiches) und der Seitenabzug um eine Trennstufe nach oben verlegt werden musste.

Demgegenüber war für die erfindungsgemäße Trennwandkolonne mit durchgezogener Trennwand bei einer Änderung des Arbeitsdruckes keinerlei derartige Änderung erforderlich.

15

20

BASF Aktiengesellschaft

12. Dezember 2002
B02/0946 IB/HKE/bl**Patentansprüche**

5

1. Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches (A) aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (S) in einer Trennwandkolonne (TKW), dadurch gekennzeichnet,

10

- dass man das Verfahren in einer Trennwandkolonne (TKW) mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand (TW) durchführt, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich (1), einen zweiten Teilbereich (2) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) aufteilt,

15

- dass man das Ausgangsgemisch (A) dem ersten Teilbereich (1) zuführt, aus dem ersten Teilbereich (1) einen ersten Kopfstrom (B) und aus dem zweiten Teilbereich (2) einen zweiten Kopfstrom (C), mit jeweils vorgegebener Spezifikation, abzieht,

20

- dass man das selektive Lösungsmittel (S) im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) aufgibt und
- dass man die Menge des auf den ersten Teilbereich (1) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S1) und/oder die Menge des auf den zweiten Teilbereich (2) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S2) dergestalt einstellt, dass die jeweils vorgegebenen Spezifikationen für die Kopfströme (B, C) eingehalten werden.

25

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man lediglich im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) einen Strom des selektiven Lösungsmittels (S1) aufgibt.

30

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man lediglich im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) einen Strom des selektiven Lösungsmittels (S2) aufgibt.

35

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) einen Lösungsmittelstrom (S1) und im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) einen Lösungsmittelstrom (S2) aufgibt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass aus dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) ein Seitenstrom (D) abgezogen und das beladene Lösungsmittel aus dem Kolonnensumpf (SL) in einem Sumpfverdampfer (V) ausgegast und als gereinigter Lösungsmittelstrom (SR) abgezogen und vorzugsweise in die Extraktivdestillation rezykliert wird.
5
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man von einer oder mehrerer thermodynamisch geeigneter Trennstufen einen oder mehrere Flüssigkeitsströme oder -teilströme aus der Trennwandkolonne (TKW) abzieht, durch Wärmeintegration mit dem heißen, entgasten Lösungsmittelstrom (SR) teilweise oder vollständig verdampft und der Trennwandkolonne (TKW) erneut zuführt, vorzugsweise auf derselben Stufe, von der der Flüssigkeitsstrom oder -teilstrom abgezogen wurde.
10
7. Trennwandkolonne (TKW) zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne (TKW) eine in Kolonnenlängsrichtung angeordnete Trennwand (TW) aufweist, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich (1), einen zweiten Teilbereich (2) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) aufteilt.
15
20
8. Trennwandkolonnen (TKW) nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2), jeweils oberhalb der Zuführung des Lösungsmittelstromes (S1, S2) Rückwaschböden (R) angeordnet sind.
25
9. Trennwandkolonne (TKW) nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwand (TW) außermittig in der Kolonne angeordnet ist, insbesondere dergestalt, dass der Querschnitt des ersten Teilbereichs (1) größer ist als der Querschnitt des zweiten Teilbereichs (2).
30
10. Verwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6 oder der Trennwandkolonne nach einem der Ansprüche 7 bis 9 zur Auftrennung von Kohlenwasserstoffgemischen, insbesondere von C₄-Schnitten, von C₅-Schnitten oder von Aromatengemischen, bevorzugt von Benzol-Toluol-Xylol-Gemischen oder von Gemischen der isomeren Xylole.
35

BASF Aktiengesellschaft

12. Dezember 2002
B02/0946 IB/HKE/bl**Zusammenfassung**

5

Es wird ein Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches (A) aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (S) in einer Trennwandkolonne (TKW) vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist,

10

- dass man das Verfahren in einer Trennwandkolonne (TKW) mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand (TW) durchführt, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich (1), einen zweiten Teilbereich (2) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) aufteilt,

15

- dass man das Ausgangsgemisch (A) dem ersten Teilbereich (1) zuführt, aus dem ersten Teilbereich (1) einen ersten Kopfstrom (B) und aus dem zweiten Teilbereich (2) einen zweiten Kopfstrom (C), mit jeweils vorgegebener Spezifikation, abzieht,

20

- dass man das selektive Lösungsmittel (S) im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) aufgibt und

- dass man die Menge des auf den ersten Teilbereich (1) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S1) und/oder die Menge des auf den zweiten Teilbereich (2) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S2) dergestalt einstellt, dass die jeweils vorgegebenen Spezifikationen für die Kopfströme (B, C) eingehalten werden.

25

(Fig. 1)

FIG. 1

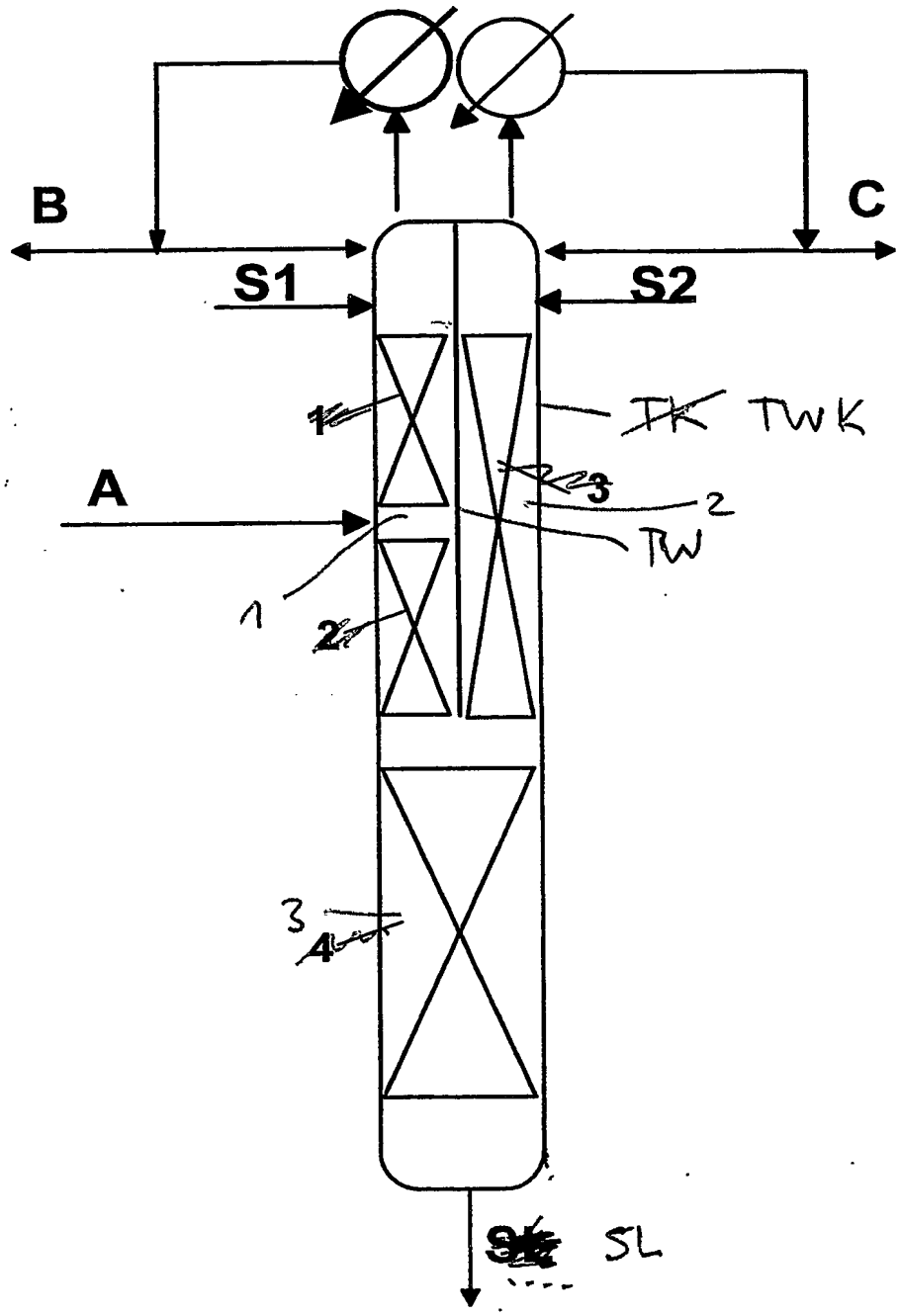


FIG. 2

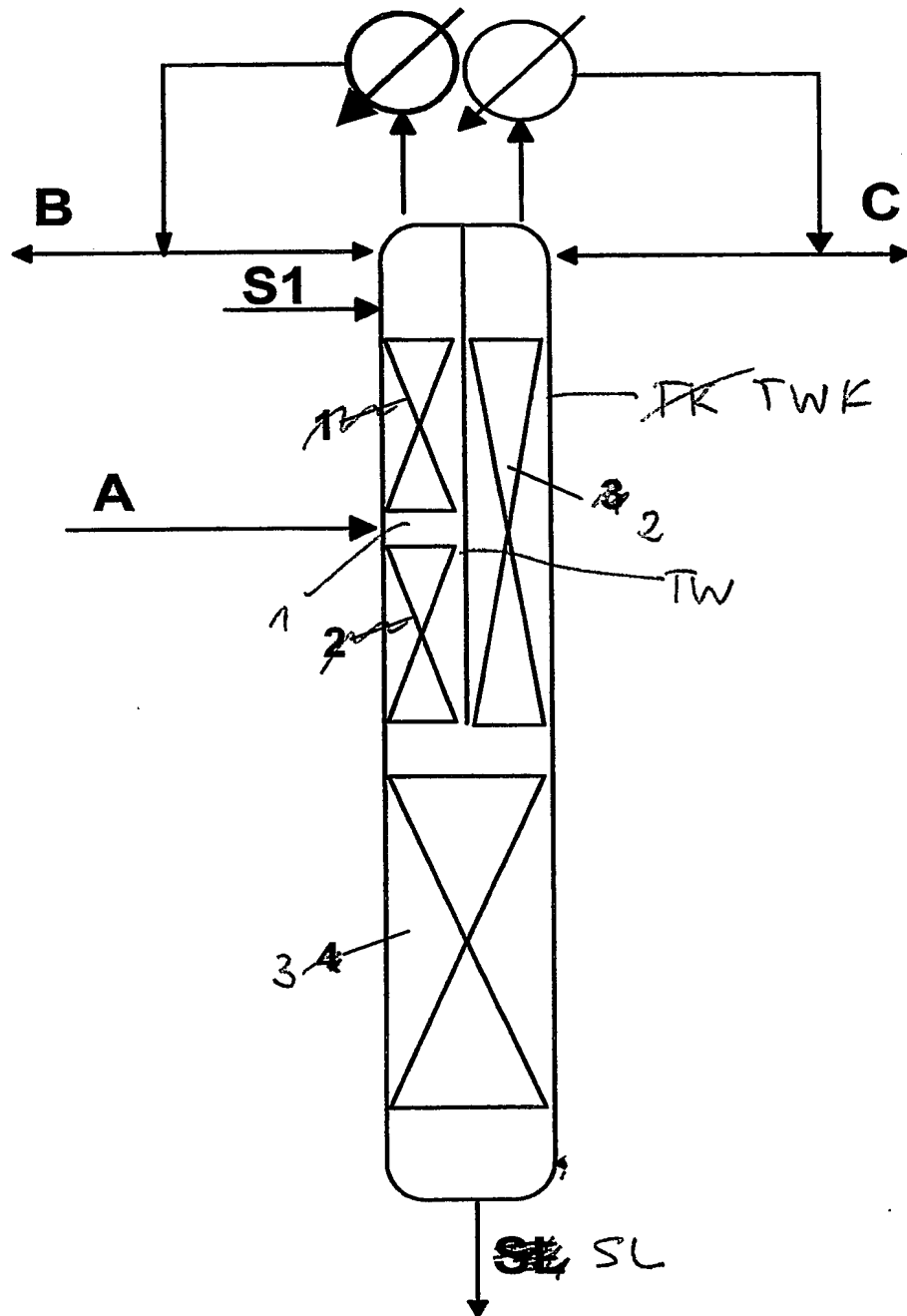


FIG. 3

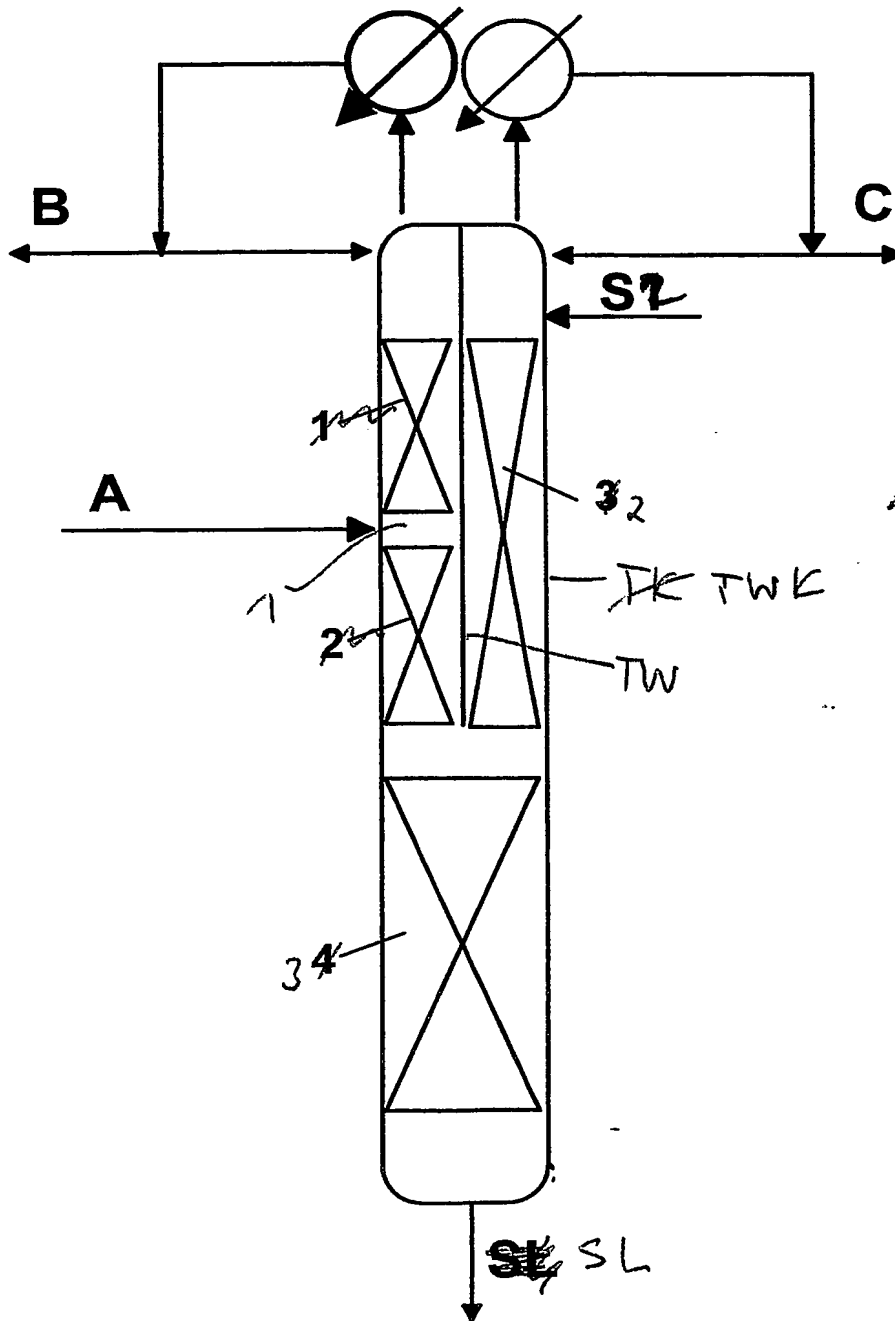


FIG. 4

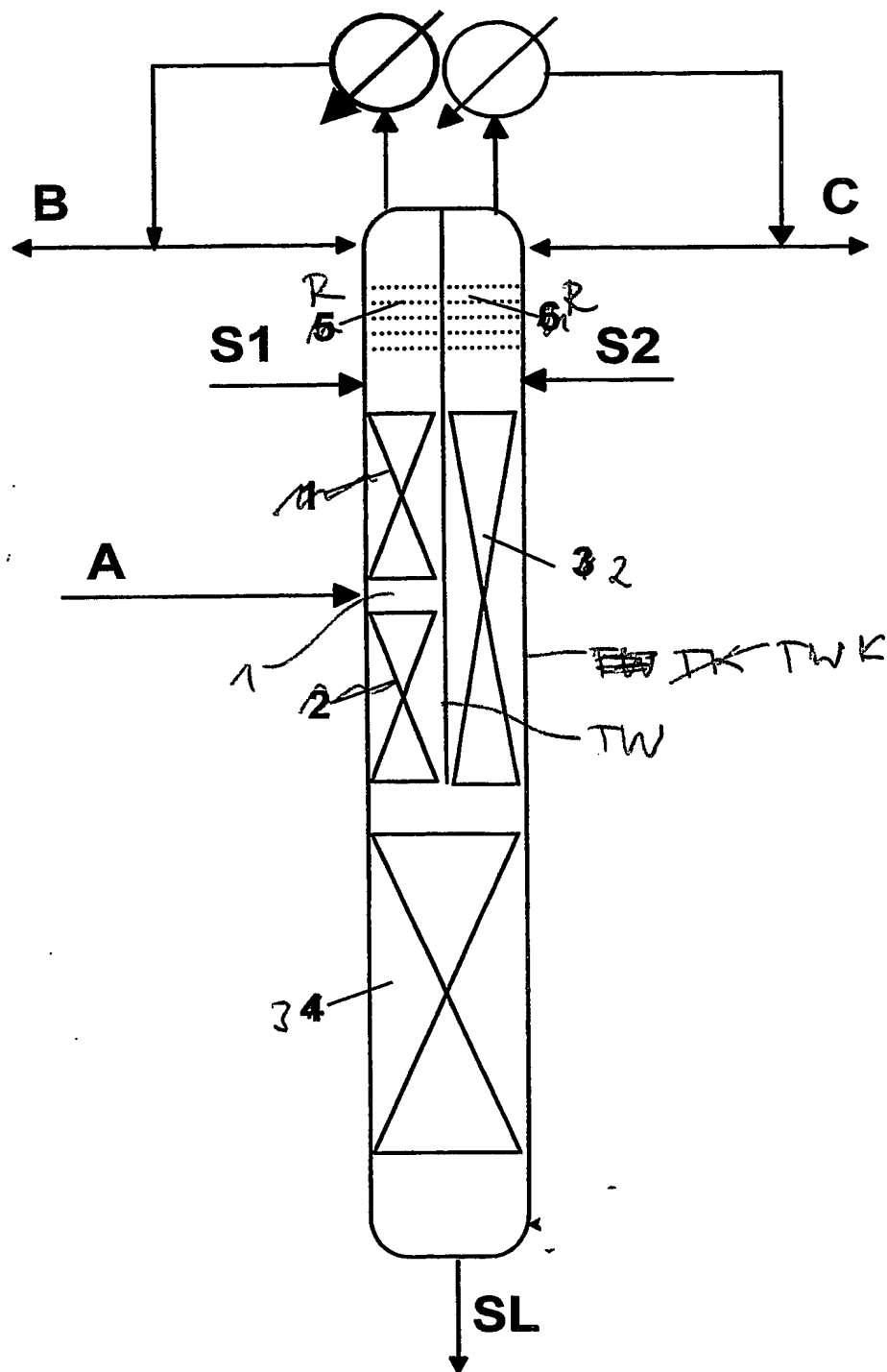


FIG. 5

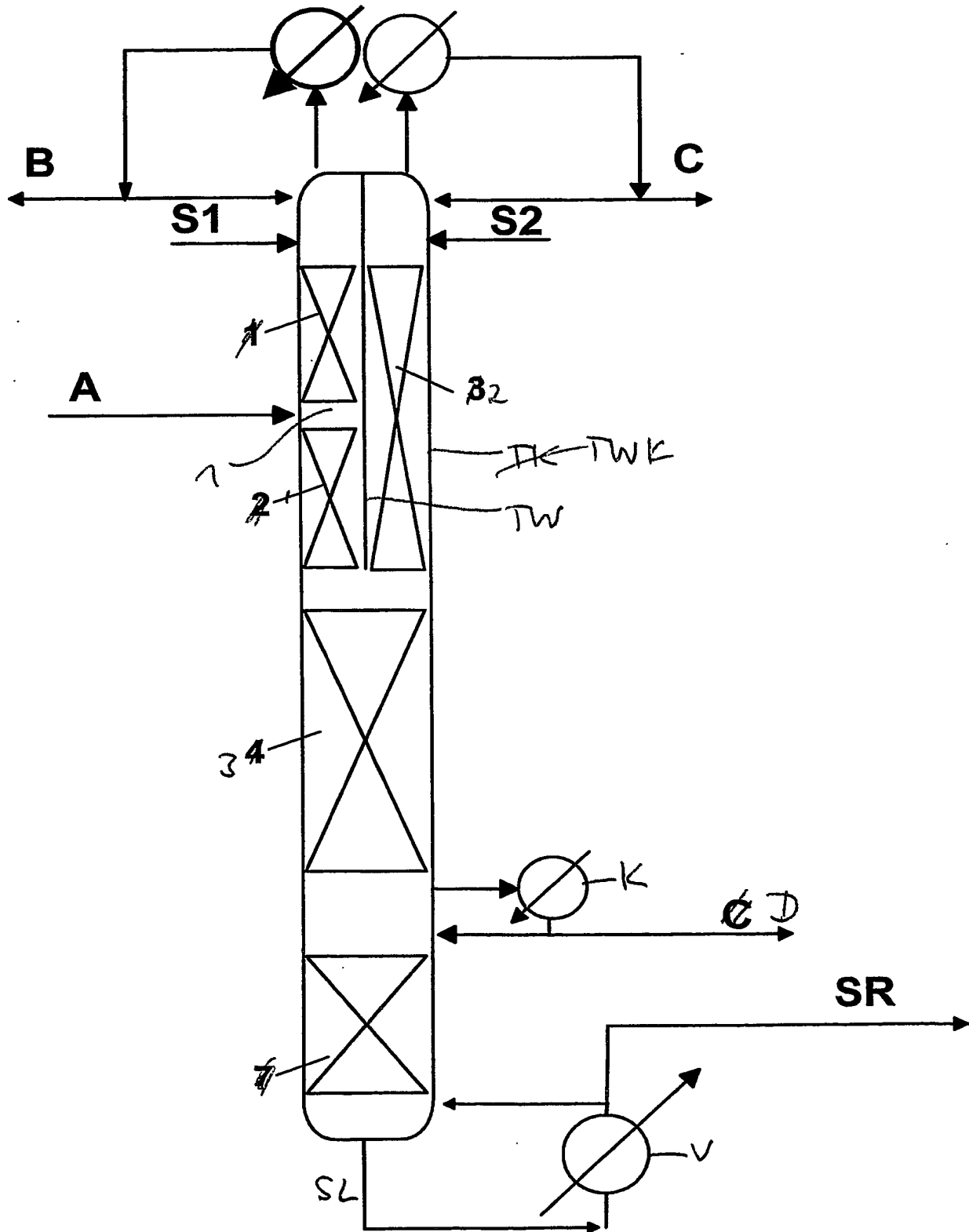


FIG. 6

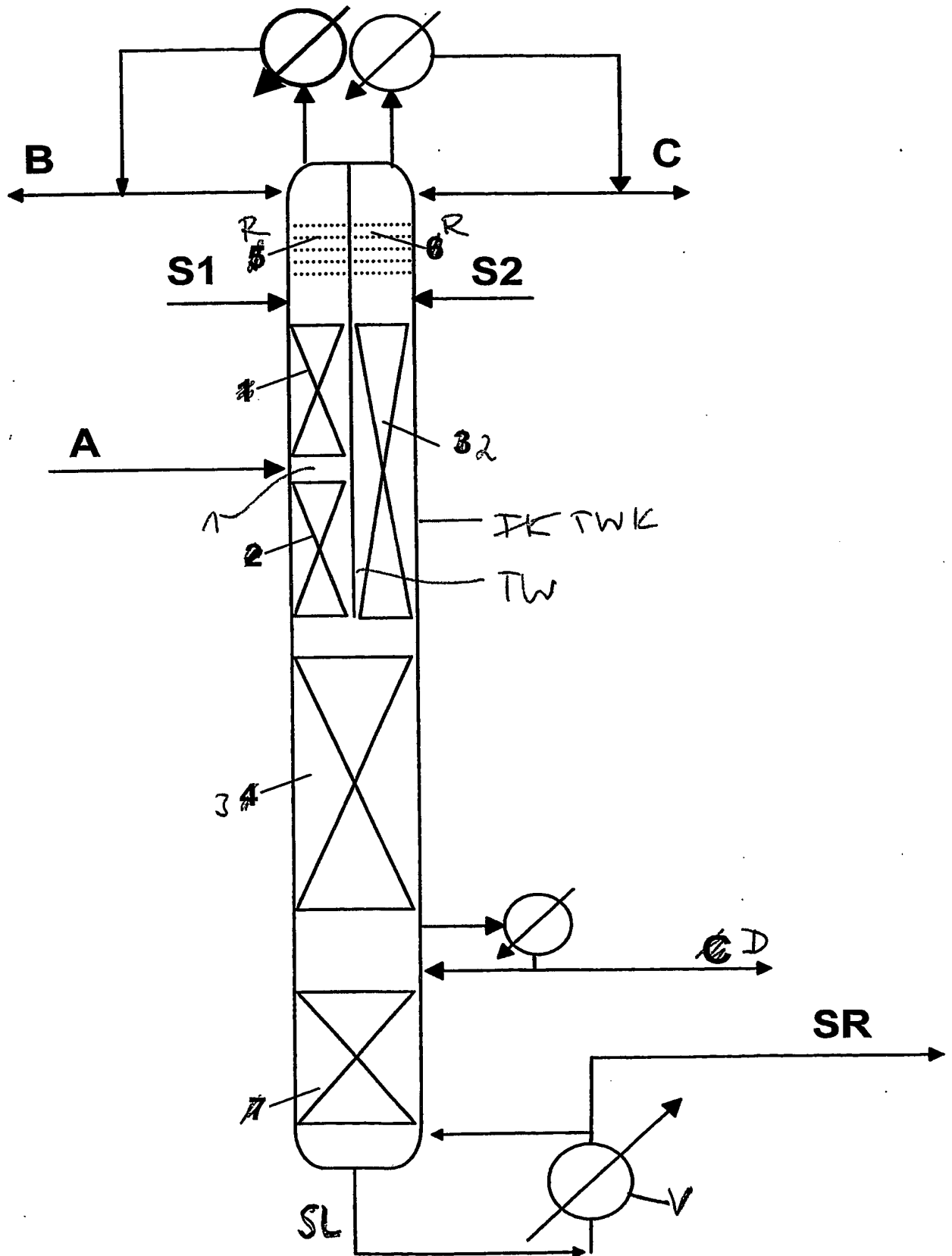
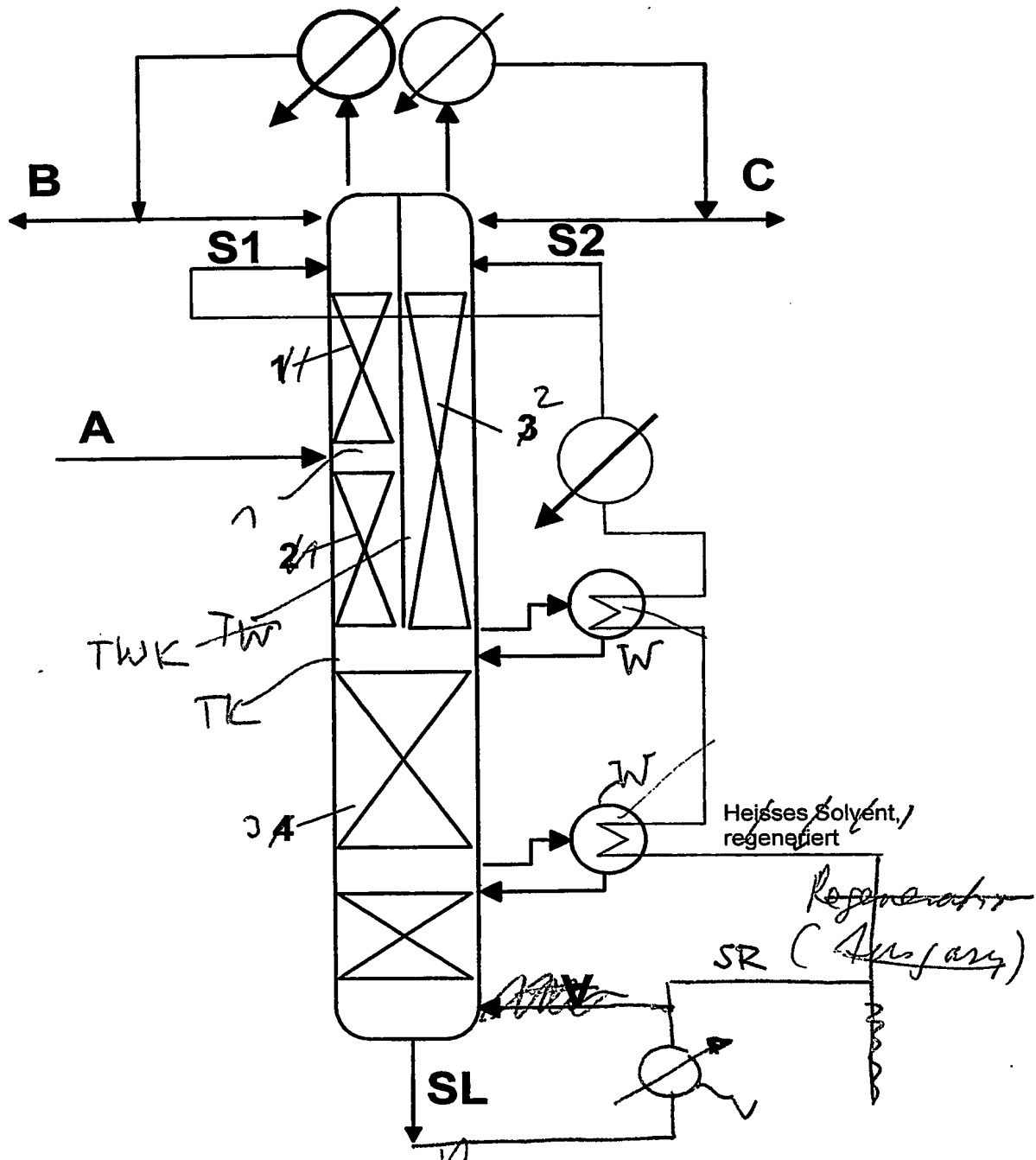


FIG. 7



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.